

Rec'd

20 JUN 2005

PCT/JP03/16384

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

20. 1. 2004

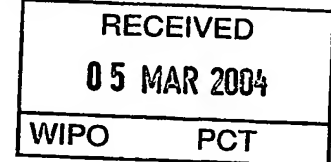
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2 0 0 3 年 9 月 3 0 日

出 願 番 号
Application Number: 特 願 2 0 0 3 - 3 4 0 3 8 4
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 3 4 0 3 8 4]

出 願 人
Applicant(s): 電 気 化 学 工 業 株 式 有 限 公 司

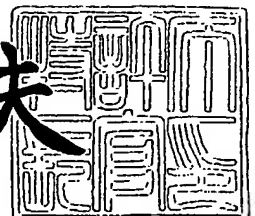


PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 4 年 2 月 1 9 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



BEST AVAILABLE COPY

出証番号 出証特 2 0 0 4 - 3 0 1 0 9 5 6

【書類名】 特許願
【整理番号】 A104790
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 C08F 2/26
【発明者】
 【住所又は居所】 新潟県西頸城郡青海町青海 2 2 0 9 番地 電気化学工業株式会社
 青海工場内
 【氏名】 八嶋 裕之
【発明者】
 【住所又は居所】 新潟県西頸城郡青海町青海 2 2 0 9 番地 電気化学工業株式会社
 青海工場内
 【氏名】 望月 健二
【特許出願人】
 【識別番号】 000003296
 【氏名又は名称】 電気化学工業株式会社
 【代表者】 晝間 敏男
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 028565
 【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 要約書 1

【書類名】 特許請求の範囲

【請求項 1】

クロロプレン単量体及びエチレン性不飽和カルボン酸単量体の合計 100 質量部を、

(1) 下記の化学式 1 の構造を有し、HLB 値が 9 以上で 16 未満のノニオン系乳化剤 A 1～10 質量部と

(2) HLB 値が 16 以上で芳香族環を有しないノニオン系乳化剤 B 0.1～2 質量部

の存在下に乳化共重合したポリクロロプレンラテックス。

【化 1】



ここに R: ベンゼン環及び／またはナフタレン環を

1 個以上含む置換基

$n = 1 \sim 200$

R_1 : 水素またはアルキル基

【請求項 2】

エチレン性不飽和カルボン酸が単量体中に 0.3～10 質量%含まれることを特徴とする請求項 1 に記載されたポリクロロプレンラテックス。

【請求項 3】

乳化剤成分として更に芳香族スルホン酸ホルマリン縮合物の金属塩 0.05～0.5 質量部を含むことを特徴とする、請求項 1 又は 2 のいずれか 1 項に記載されたポリクロロプレンラテックス。

【請求項 4】

請求項 1 から 3 のいずれか 1 項に記載したポリクロロプレンラテックスに粘着付与樹脂を添加して得られることを特徴とする水系接着剤組成物。

【請求項 5】

請求項 4 に更に金属酸化物を添加して得られることを特徴とする水系接着剤組成物。

【請求項 6】

クロロプレン単量体及びエチレン性不飽和カルボン酸単量体の合計 100 質量部を、(1) 化学式 1 の構造を有し、HLB 値が 9 以上で 16 未満のノニオン系乳化剤 A 1～10 質量部と (2) HLB 値が 16 以上で芳香族環を有しないノニオン系乳化剤 B 0.1～2 質量部の存在下に乳化共重合してなることを特徴とするポリクロロプレンラテックス組成物の製造方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】ポリクロロブレンラテックス組成物およびその製造方法、それを用いた水系接着剤組成物

【技術分野】

【0001】

本発明は、接着剤として有効なポリクロロブレンラテックス組成物およびその製造方法、それを用いた水系接着剤組成物に関する。さらに詳しくは初期接着力や常態接着力、接着耐水性等の接着性能に優れ、水系コンタクト型接着剤として好適なポリクロロブレンラテックス組成物およびその製造方法、それを用いた水系接着剤組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

従来、ポリクロロブレンをベースとした接着剤は溶剤型が主流であった。しかし、近年溶剤型接着剤を製造または使用する際に、有機溶剤による衛生性、火気危険性、環境汚染などの問題があり、脱溶剤化の要求が高まっている。

【0003】

脱溶剤化の手法としては、溶剤型接着剤をラテックス接着剤に代替する方法が有効と考えられ、各種ポリマーを使用したラテックス接着剤の検討が盛んに行われている。

【0004】

なかでもポリクロロブレンラテックス接着剤は、接合する被着体の双方に塗布し、これらの接着剤層を乾燥した後に貼り合わせることにより、貼り合わせ直後から高い接着力を発現する。こうした特徴から、水系コンタクト型接着性としての利用を期待されている反面、溶剤系接着剤と比較して初期接着強度、耐水性等の接着性能が劣り、この改良が課題とされてきた。

【0005】

従来は、クロロブレンを不飽和カルボン酸、ポリビニルアルコール、連鎖移動剤の存在下で重合するポリクロロブレンラテックス接着剤の製造方法が示されているが、このようなポリクロロブレンラテックスでは接着耐水性が不十分であった（例えば、特許文献1参照）。

【0006】

【特許文献1】特開平06-287360号公報（第2頁；請求項1、第3～6頁；製造例1～8）

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、このような従来技術の問題点を解決し、初期接着力や常態接着力、耐水性に優れ、かつ機械的安定性や貯蔵安定性の良好な水系接着剤用のポリクロロブレンラテックス組成物とその製造方法、それを用いた水系接着剤組成物を提供するものである。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者らは、上記課題を解決すべく、鋭意検討を重ねた結果、クロロブレン単量体及びエチレン性不飽和カルボン酸単量体の合計100質量部を、（1）化学式1の構造を有し、HLB値が9以上16未満のノニオン系乳化剤A 1～10質量部と、（2）化学式1以外でHLB値が16以上の芳香族環を有しないノニオン系乳化剤B 0.1～2質量部の存在下に乳化共重合したポリクロロブレンラテックス組成物を用いた水系接着剤組成物が、接着特性に優れることを見だし、本発明を完成させるに至った。

【発明の効果】

【0009】

以上の実施例と比較例より、本発明の製造方法により得られたポリクロロブレンラテックスを含む接着剤組成物は、初期接着強度や耐水性に優れていることが明かであり、合板などの木材接着、紙材、布、ジャージ、合成樹脂、発泡樹脂シート、鋼板、セメント基質

等の接着に特に好適である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0010】

即ち、本発明は、クロロプレン単量体及びエチレン性不飽和カルボン酸単量体の合計 100 質量部を、(1) 化学式 1 の構造を有し、HLB 値が 9 以上 16 未満のノニオン系乳化剤 A 1～10 質量部と (2) 化学式 1 以外で HLB 値が 16 以上の芳香族環を有しないノニオン系乳化剤 B 0.1～2 質量部の存在下に乳化共重合したポリクロロプレンラテックス組成物およびその製造方法、それを用いた水系接着剤組成物である。

【0011】

本発明におけるエチレン性不飽和カルボン酸単量体としては、例えばアクリル酸、メタクリル酸、クロトン酸、フマル酸、マレイン酸、シトラコン酸等が挙げられ、必要に応じて 2 種以上用いてもかまわない。なお本発明においてはアクリル酸、メタクリル酸を使用することが好ましく、特にメタクリル酸を使用することが好ましい。

【0012】

本発明におけるエチレン性不飽和カルボン酸の添加量は、全単量体中に 0.3～10 質量%含まれることが好ましい。より好ましくは 1～5 質量%である。エチレン性不飽和カルボン酸の添加量が 10 質量%を越える場合には、水系接着剤組成物の接着耐水性が悪くなり、0.3 質量%未満の場合はラテックスの機械的安定性が悪化する。

【0013】

本発明の単量体としては他にアクリル酸のエステル類、メタクリル酸のエステル類、2, 3-ジクロロ-1, 3-ブタジエン、1-クロロ-1, 3-ブタジエン、ブタジエン、イソプレン、スチレン、アクリロニトリル等を必要に応じて使用することも可能である。

【0014】

本発明におけるノニオン系乳化剤 A とは化学式 1 の構造を有するものである。

【化 1】



ここに R: ベンゼン環及び／またはナフタレン環を

1 個以上含む置換基

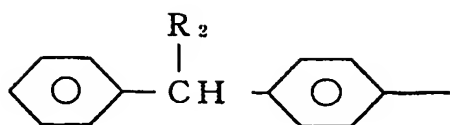
$n = 1 \sim 200$

R_1 : 水素またはアルキル基

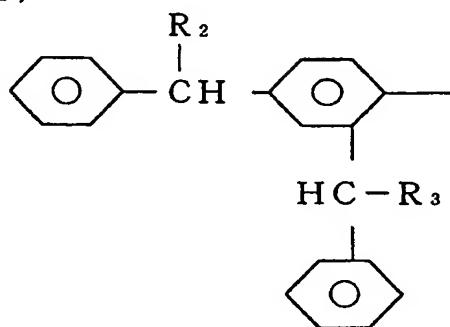
置換基 R の具体例としては例えば次の (I) ～ (XII) のような構造が挙げられる。また、これら構造は混合物であっても構わない。

【化2】

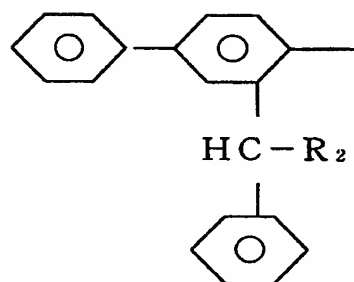
(I)

ここに R_2 : 水素またはアルキル基

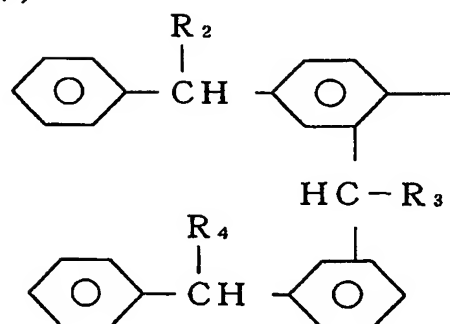
(I I)

ここに $R_{2,3}$: 水素または炭素数 1 ~ 6 のアルキル基

(I I I)

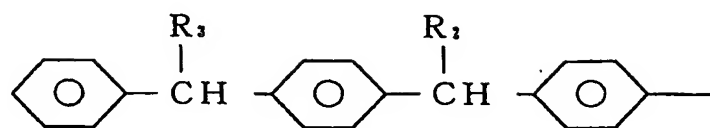
ここに R_2 : 水素または炭素数 1 ~ 6 のアルキル基

(I V)

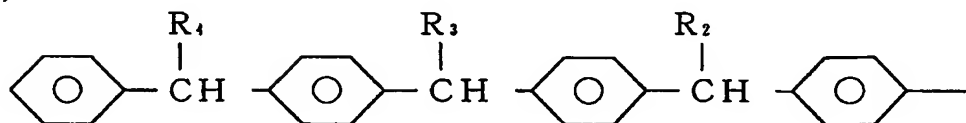
ここに R_{2-4} : 水素または炭素数 1 ~ 6 のアルキル基

【化 3】

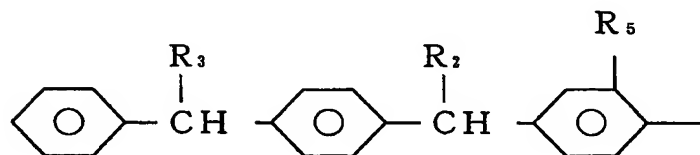
(V)

ここに $R_{2,3}$: 水素または炭素数 1～6 のアルキル基

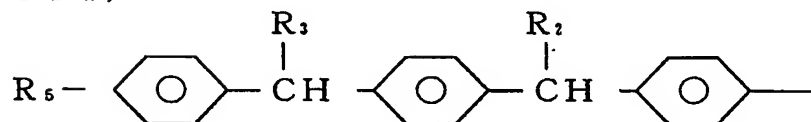
(VI)

ここに $R_{2\sim 4}$: 水素または炭素数 1～6 のアルキル基

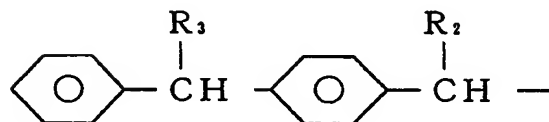
(VII)

ここに $R_{2,3}$: 水素または炭素数 1～6 のアルキル基
 R_5 : 炭素数 1～6 のアルキル基または水酸基

(VIII)

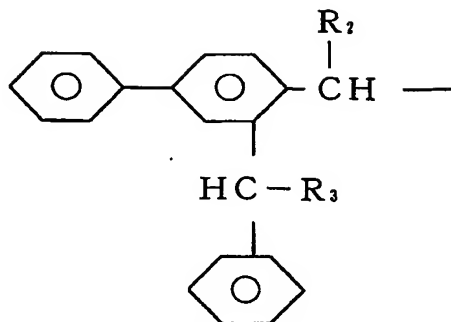
ここに $R_{2,3}$: 水素または炭素数 1～6 のアルキル基
 R_5 : 炭素数 1～6 のアルキル基または水酸基

(IX)

ここに $R_{2,3}$: 水素または炭素数 1～6 のアルキル基

【化 4】

(X)

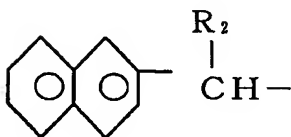


ここに $R_{2,3}$: 水素または炭素数 1～6 のアルキル基

(XI)

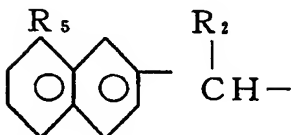


(XII)



ここに R_2 : 水素または炭素数 1～6 のアルキル基

(XIII)



ここに R_2 : 水素または炭素数 1～6 のアルキル基
 R_5 : 炭素数 1～6 のアルキル基または水酸基

【0015】

本発明のノニオン系乳化剤は例えばポリオキシエチレンスチリルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンジスチリルフェニルエーテル、ポリオキシエチレントリスチリルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンスチリルクレジルエーテル、ポリオキシエチレンジスチリルクレジルエーテル、ポリオキシエチレントリスチリルクレジルエーテル、ポリオキシエチレンスチリルヒドロキシフェニルエーテル、ポリオキシエチレンジスチリルヒドロキシフェニルエーテル、ポリオキシエチレントリスチリルヒドロキシフェニルエーテル、ポリオキシエチレナフチルエーテル、ポリオキシエチレンヒドロキシナフチルエーテル、ポリオキシエチレンクレジルナフチルエーテル等を挙げることができる。また、これらは混合物であっても構わない。

【0016】

本発明のノニオン系乳化剤のHLB値とは、米国ICI社のグリフィン氏により考案された親水性、疎水性のバランスを示す指標であり、下記の式に従って算出される1～20

の数値である。HLB 値が高いほど親水性が高く、HLB 値が低いほど親油性が高い。

$$\text{HLB} = (\text{親水基部分の分子量}) / (\text{界面活性剤の分子量}) \times (100 / 5)$$

本発明のノニオン系乳化剤 A の HLB 値は 9 以上 16 未満の範囲であるが、好ましくは 12 ~ 15.5 の範囲である。この範囲を外れるとクロロプレン単量体の安定な重合が困難になる。

【0017】

本発明のノニオン系乳化剤 A の添加量は単量体 100 質量部に対して 1 ~ 10 質量部である。更に好ましくは、2 ~ 7 質量部である。1 質量部に満たない場合は、ポリクロロプレンラテックス組成物の重合が困難になる。10 質量部を越えると、水系接着剤組成物の接着耐水性が悪くなる。

【0018】

本発明のノニオン系乳化剤 B は、化学式 1 以外の構造であり、芳香族環を有しない化合物である。

例えばポリオキシアルキレンアルキルエーテル、ポリオキシアルキレンアルキルア릴エーテル、ポリオキシアルキレンソルビタンエーテル、ポリオキシエチレンひまし油エーテル等のポリオキシエチレン誘導体、ソルビタンモノステアレート、ソルビタンモノラウリレート、ソルビタンモノパルミレート等のソルビタン脂肪酸エステル類、グリセロールモノステアレート、グリセロールモノオレエレート等のグリセロールの脂肪酸エステル類、脂肪族アルカノールアミン類等であり、その中から 1 種類以上を選択して用いることができる。

【0019】

本発明のノニオン系乳化剤 B の HLB 値は、16 以上である。好ましくは 17 以上である。

【0020】

本発明のノニオン系乳化剤 B の添加量は、単量体 100 質量部に対して 0.1 ~ 2 質量部であることが必要であり、好ましくは 0.2 ~ 1.5 質量部である。0.1 質量部未満では、ポリクロロプレンラテックス組成物の機械的安定性が不十分であり、2 質量部を越えると水系接着剤組成物の接着耐水性が悪くなる。

【0021】

本発明の芳香族スルホン酸ホルマリン縮合物の金属塩としては、 β -ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物のリチウム、ナトリウム、カリウム、セシウム塩等が挙げられる。好ましくはナトリウム塩またはカリウム塩である。

【0022】

本発明の芳香族スルホン酸ホルマリン縮合物の金属塩はポリクロロプレンラテックス組成物の貯蔵安定性をよりよくする目的で使用される。添加量は、単量体 100 質量部に対して 0.05 ~ 0.5 質量部の範囲であることが好ましく、更に好ましくは 0.08 ~ 0.4 質量部である。0.05 質量部に満たない場合は、ポリクロロプレンラテックス組成物の貯蔵安定性の改良効果が見られない。0.5 質量部を越えるとポリクロロプレンラテックス組成物の機械的安定性が悪くなる。

【0023】

本発明のポリクロロプレンラテックスの重合に使用される触媒としては過硫酸カリウム等の無機酸化物、ケトンパーオキシサイド類、パーオキシケタール類、ハイドロパーオキシサイド類、ジアルキルパーオキシサイド類、ジアシルパーオキシサイド類等の有機過酸化物等を挙げることができる。触媒としては過硫酸カリウムの使用が安定した重合を行う上で好ましい。また、過硫酸カリウムは 0.1 ~ 5 質量%の水溶液で使用する事が好ましい。

【0024】

本発明のポリクロロプレンラテックスの重合に使用される触媒の活性を高める上で、亜硫酸ソーダ、亜硫酸カリウム、酸化鉄 (II)、アントラキノン β スルホン酸ソーダ、

フォルムアミジンスルホン酸、L-アスコルビン酸等を添加することができる。

【0025】

また本発明におけるポリクロロブレンラテックス組成物についてトルエン不溶のゲル分含有率は特に制限されるものではなく、要求特性に応じて任意に変えることができる。ただ、水系接着剤組成物の初期接着強度がより重視される場合は、ゲル含有率を60質量%以下に抑えることが好ましい。また、水系接着剤組成物の耐熱性能が重視される場合は、ゲル含有率を20質量%以上とすることが好ましい。

【0026】

本発明のポリクロロブレンラテックス組成物のゲル分含有率の制御に関しては、連鎖移動剤の使用とその使用量、重合温度とさらに重合率の制御によって任意に行うことができる。

【0027】

まず連鎖移動剤としては、クロロブレン重合体の製造に一般的に用いられるものであれば特に制限はなく、例えばn-ドデシルメルカプタンやtert-ドデシルメルカプタン等の長鎖アルキルメルカプタン類、ジイソプロピルキサントゲンジスルフィドやジエチルキサントゲンジスルフィド等のジアルキルキサントゲンジスルフィド類、ヨードホルム等の公知の連鎖移動剤を使用することができる。

【0028】

次に重合温度については、0～55℃の範囲であることが重合制御上好ましい。なお重合反応をより円滑にかつ安全に行うには、重合温度を10～45℃とすることが好ましい。

【0029】

また最終重合率については、60質量%以上とすることが好ましく、80質量%以上とすることがより好ましい。

【0030】

本発明において、ポリクロロブレンラテックス組成物の固形分濃度は40～65質量%の範囲にあることが好ましく、より好ましくは45～60質量%の範囲である。より高い固形分濃度とすることにより、乾燥速度が速く、初期接着性により優れたラテックスとなる。なお固形分濃度については、重合時のモノマーと水の比率によっても調整できるが、重合後に濃縮を行い調整することが可能である。濃縮の方法としては、減圧濃縮等を挙げることができるが、特に限定されるものではない。

【0031】

本発明におけるポリクロロブレンラテックス組成物には、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン等の塩基性物質、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、りん酸3ナトリウム、りん酸水素2ナトリウム、りん酸3カリウム、りん酸水素2カリウム、クエン酸3カリウム、クエン酸水素2カリウム、酢酸ナトリウム、酢酸カリウム、4-硼酸ナトリウム等の弱酸塩類を添加することにより、PHを自由に調整することができる。

【0032】

本発明におけるPH調整剤の添加方法は特に制限を受けるものではなく、PH調整剤粉末を直接添加または水で任意の割合に希釈して添加することができる。

PH調整剤の添加するタイミングとしては特に限定するものではなく、重合開始前や重合終了後に添加することができる。

【0033】

本発明におけるポリクロロブレンラテックス組成物には、アニオン系乳化剤、ポリオキシシアルキレンアルキルエーテルや1:2モル型脂肪族アルカノールアミド等のノニオン系乳化剤、ポバール等の分散助剤を添加することができる。添加するタイミングとしては特に限定するものではなく、重合開始前、途中または終了後に添加することが可能である。

【0034】

本発明のポリクロロブレンラテックス組成物の重合を停止させる目的でチオジフェニルアミン、ジエチルヒドロキシルアミン、ヒドロキノン、p-tert-ブチルカテコール、

1, 3, 5-トリヒドロキシベンゼン、ヒドロキノンメチルエーテル、2, 6-ジ-*t*-ブチル-4-メチルフェノール、2, 2-メチレンビス(6-*t*-4-メチルフェノール)、4, 4-ブチレンビス(6-*t*-ブチル-3-メチルフェノール)、エチレンビス(オキシエチレン)ビス[3-(5-*t*-ブチル-4-ヒドロキシ-*m*-トリル)プロピオネート]、オクタデシル-3-(3, 5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート、ペンタエリスリトールテトラキス[3-(3, 5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]等の重合禁止剤を添加することができる。

【0035】

本発明の粘着付与樹脂としては、ロジン酸エステル樹脂、テルペンフェノール樹脂、クマロン-インデン樹脂、脂肪族炭化水素樹脂、芳香族樹脂等を挙げることができる。粘着付与樹脂としてはテルペンフェノール樹脂やロジン酸エステル樹脂のエマルジョンが水系接着剤組成物の初期接着力や耐水性を発現させる上で好ましい。

【0036】

粘着付与樹脂の添加量(固形分換算)は、ポリクロロブレンラテックスの固形分100質量部に対して、10~100質量部が好ましく、20~70質量部が特に好ましい。10質量部未満では初期接着力が劣る場合があり、100質量部を越えると接着剤皮膜の形成が阻害され易い。

【0037】

本発明における金属酸化物としては酸化亜鉛、酸化チタン及び酸化鉄等を挙げることができる。酸化亜鉛、酸化チタンが接着剤組成物の耐水性を向上させる上で好ましく、特に酸化亜鉛の使用が好ましい。

【0038】

金属酸化物の添加量は0.2~6.0質量部が好ましく、特に0.5~3.0質量部が好ましい。0.2質量部未満では接着剤組成物の耐水性が不十分となる場合があり、6.0質量部を越えると初期接着力が悪くなり易い。

【0039】

本発明の水系接着剤組成物は炭酸カルシウム、シリカ、タルクやクレー等の無機充填剤、ジブチルフタレートやプロセスオイルなどの可塑剤・軟化剤、ポリアクリル酸ナトリウム、水溶性ポリウレタン、メチルセルロース等の増粘剤、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル、1:2モル型脂肪族アルカノールアミド、1:1モル型ジエタノールアミン、ポリオキシエチレンステアレート、ポバール等の乳化剤、防腐剤、各種老化防止剤、紫外線吸収剤や酸化防止剤等を必要に応じて任意に配合することができる。

【0040】

本発明の水系接着剤組成物はポリクロロブレンラテックス、粘着付与樹脂及び金属酸化物等を混合して作られるが、混合装置は特に限定されるものではなく、スリーワンモーター、ホモジナイザー、メディアミル、コロイドミル等の公知の装置を使用できる。

【0041】

本発明により得られたポリクロロブレンラテックス接着剤は、紙、木材、布、皮革、レザー、ゴム、プラスチック、フォーム、陶器、ガラス、モルタル、セメント系材料、セラミック、金属などの同種、あるいは異種の接合接着用として好適である。

接着時の施工方法に関しては、刷毛塗り、コテ塗り、スプレー塗布、ロールコーター塗布などが可能である。

「実施例」

【0042】

以下実施例により本発明を具体的に説明するが、これらの実施例は本発明を限定するものでない。なお、下記の実施例において部及び%は、特に断りのない限り質量基準である。

【実施例1】

【0043】

内容積3リットルの反応器を用い、窒素気流下で、純水100部及びノニオン系乳化剤

A (Newcol 714: 日本乳化剤社製) 5.0 部、ノニオン系乳化剤 B-1 (Newcol 2327: 日本乳化剤社製) 1.0 部、ホルムアルデヒドナフタレンスルホン酸縮合物のナトリウム塩 (デモール N: 花王社製) 0.1 部を仕込み溶解後、攪拌しながらクロロプレン単量体 97 部、メタクリル酸 3 部、及びオクチルメルカプタン 0.3 部を加えた。これを 40℃ に保持しながら亜硫酸ナトリウムと過硫酸カリウムを開始剤として用い、最終重合率が 95% に達したところで、チオジフェニルアミンの乳濁液を加えて重合を停止した。

【0044】

次に、このポリクロロプレンラテックスに、20% ジエタノールアミンを 12 部添加して PH を中性になるように調整した後、更に減圧下で水分を蒸発させて濃縮を行い、固形分濃度が 50% となるように調整し、ポリクロロプレンラテックス組成物を得た。

【0045】

次に、このポリクロロプレンラテックス組成物について、以下の測定を行い、結果を表 1 に示した。

〔機械的安定性測定〕

JISK 6828 に準拠し、マロン式試験装置を使用し、50 g のラテックスに荷重 10 kg、回転数 1000 rpm のせん断力を加えて測定した。生成した凝固物を乾燥計量し、下記の式により評価した。

機械的安定性 (%) = 凝固物乾燥重量 g / ラテックス量 50 g × 100

【0046】

〔貯蔵安定性〕

ラテックスをガラス瓶に 23℃ で 2 ヶ月間、密閉状態で保管し、外観変化を目視観察した。異常が無い場合は○、凝固や沈降等異常の有る場合は×とした。

【0047】

〔ゲル分測定〕

ラテックス試料を凍結乾燥後精秤し、A とした。これをトルエンに溶解 (0.6% に調製) し、遠心分離機を使用した後、200 メッシュの金網を用いてゲルを分離した。ゲル分を風乾後 110℃ 雰囲気下で、1 時間乾燥し、精秤して B とした。

ゲル分は下式に従って算出した。

ゲル分 = $B / A \times 100$ (%)

結果を表 1 に示した。

【0048】

次に表 1 に示した処方で接着剤組成物を調整した。

次に帆布 (25 × 150 mm) 2 枚各々に、300 g (固形分) / m² の接着剤組成物を刷毛で塗布し、80℃ 雰囲気下 9 分間乾燥し、室温で 1 分間放置後に塗布面を張り合わせハンドローラーで圧縮した。

〔初期剥離強度〕

圧縮 10 分間後、引張り試験機を用い、引張り速度 200 mm/min で 180° 剥離強度を測定した。

〔常態剥離強度〕

圧縮 7 日後、引張り試験機を用い、引張り速度 200 mm/min で 180° 剥離強度を測定した。

【0049】

〔耐水強度〕

圧縮 7 日後、水中に 2 日間浸漬し、引張り試験機を用い、引張り速度 200 mm/min で 180° 剥離強度を測定した。

【実施例 2】

【0050】

実施例 1 において、ノニオン系乳化剤 B-1 を B-2 (エマルゲン 1135S-70: 花王社製) に変更した以外は実施例 1 と同様にポリクロロプレンラテックスを作成した。

【実施例 3】**【0051】**

実施例 1 において、ノニオン系乳化剤 B-1 を B-3 (レオドールスーパー TW120 : 花王社製) に変更した以外は、実施例 1 と同様にポリクロロプレンラテックスを作成した。

[比較例 1]**【0052】**

実施例 1 において、ノニオン系乳化剤 B-1 とホルムアルデヒドナフタレンスルホン酸縮合物のナトリウム塩を 0 部にした以外は、実施例 1 同様にポリクロロプレンラテックスを作成した。

[比較例 2]**【0053】**

実施例 1 において、メタクリル酸を 0 部にした以外は、実施例 1 同様にポリクロロプレンラテックスを作成した。

【0054】

実施例 2、3 及び比較例 1, 2 で得たラテックスの性状及びその接着剤組成物の配合処方と接着剥離試験結果を表 1 に示す。

【表1】

	実施例1	実施例2	実施例3	比較例1	比較例2
ポリクロロブレン ラテックス処方 (質量部)	97 3 0.3 100 5.0 1.0	97 3 0.3 100 5.0 1.0	97 3 0.3 100 5.0	97 3 0.3 100 5.0	100 0 0.3 100 5.0 1.0
クロロブレン メタクリル酸 ブタジエン 純水 (1) ノニオン系乳化剤A-1 (2) ノニオン系乳化剤B-2 (3) ノニオン系乳化剤B-3 (4) ノニオン系乳化剤B-3 β-ナタレンスルフォネ酸ホルマリン縮合物 のナトリウム塩	40 95 50 <0.1 ○ 38	40 95 50 <0.1 ○ 33	40 95 50 <0.1 ○ 44	40 95 50 7.9 × 36	40 95 50 15.1 × 32
重合条件	重合温度 重合率 固形分濃度 機械的安定性 貯蔵安定性 ゲル分	重合温度 重合率 固形分濃度 機械的安定性 貯蔵安定性 ゲル分	重合温度 重合率 固形分濃度 機械的安定性 貯蔵安定性 ゲル分	重合温度 重合率 固形分濃度 機械的安定性 貯蔵安定性 ゲル分	重合温度 重合率 固形分濃度 機械的安定性 貯蔵安定性 ゲル分
水系接着剤組成物 処方(固形分換算 質量部)	100 50 1	100 50 1	100 50 1	100 50 1	100 50 1
接着試験結果 (N/mm)	4.6 5.0 4.5	4.8 4.9 4.6	5.0 5.0 4.5	5.0 5.0 4.8	2.9 3.1 2.7
(1) ノニオン系乳化剤A; ニュコーラール714 (ポリオキシアルキレンスチレンフルフエニルエーテル系、HLB=15.0 日本乳化剤社製)					
(2) ノニオン系乳化剤B-1; ニュコーラール2327 (ポリオキシアルキレンスチレンフルフエニルエーテル系、HLB=17.2 日本乳化剤社製)					
(3) ノニオン系乳化剤B-2; エルケルゲン1135 (ポリオキシアルキレンスチレンフルフエニルエーテル系、HLB=17.9 花王社製)					
(4) ノニオン系乳化剤B-3; レオドルスパーT120 (ポリオキシアルキレンスチレンフルフエニルエーテル系、HLB=16.7 花王社製)					
(5) テルペン系エチレンソール系樹脂エマルジョン; タマノールE-100 (荒川化学工業社製、固形分50%)					
(6) 酸化亜鉛エマルジョン; AZ-SW (大崎工業社製、固形分50%)					

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 機械的安定性と貯蔵安定性に優れたポリクロロブレンラテックスとその製造方法、それを用いた初期接着力や常態接着力、耐水性に優れた水系接着剤組成物。

【解決手段】 クロロブレンまたはクロロブレン及びクロロブレンと共重合可能な単量体 100 質量部を特定の構造を有するノニオン系乳化剤 1～10 質量部と高 HLB のノニオン系乳化剤 0.1～2 質量部の存在下に重合してなるポリクロロブレンラテックス組成物を用いた水系接着剤組成物。

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2003-340384
受付番号	50301618876
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成15年10月 1日

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成15年 9月30日

特願 2 0 0 3 - 3 4 0 3 8 4

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 3 2 9 6]

1. 変更年月日

2 0 0 0 年 1 2 月 4 日

[変更理由]

住所変更

住 所

東京都千代田区有楽町 1 丁目 4 番 1 号

氏 名

電気化学工業株式会社